



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 20 MAI 2003

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M+Planche', is written over a horizontal line.

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

1er dépôt

**BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 760899

REMISE DES PIÈCES DATE 21 JUIN 2002 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0207717 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 21 JUIN 2002		5 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE L'AIR LIQUIDE, SA Direction de la Propriété Intellectuelle 75, quai d'Orsay 75321 PARIS CEDEX 07	
Vos références pour ce dossier (facultatif) S.5843 GLM/MM			
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N° _____ Date ____/____/____	
ou demande de certificat d'utilité initiale		N° _____ Date ____/____/____	
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N° _____ Date ____/____/____	
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) PROCÉDE DE REGULATION D'UNE UNITE DE TRAITEMENT, PAR ADSORPTION A MODULATION DE PRESSION, D'AU MOINS UN GAZ DE CHARGE			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		L'Air Liquide, Société Anonyme à Directoire et Conseil de Surveillance pour l'Etude et l'Exploitation des Procédés Georges Claude	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN		5 . 5 . 2 . 0 . 9 . 6 . 2 . 8 . 1	
Code APE-NAF		2 . 4 . 1 . A	
Adresse	Rue	75, quai d'Orsay	
	Code postal et ville	75321	PARIS CEDEX 07
Pays		FRANCE	
Nationalité		française	
N° de téléphone (facultatif)		01 40 62 51 27	
N° de télécopie (facultatif)		01 40 62 56 95	
Adresse électronique (facultatif)			



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE 21 JUIN 2002 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0207717 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI		DB 540 W / 260899	
V s références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>			S.5843 GLM/MM		
6 MANDATAIRE					
Nom			LE MOENNER		
Prénom			Gabriel		
Cabinet ou Société			L'AIR LIQUIDE S.A.		
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			PG 10568		
Adresse	Rue	75, quai d'Orsay			
	Code postal et ville	75321	PARIS CEDEX 07		
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>			01 40 62 51 27		
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>			01 40 62 56 95		
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>					
7 INVENTEUR (S)					
Les inventeurs sont les demandeurs			<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée		
8 RAPPORT DE RECHERCHE			Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)		
Établissement immédiat ou établissement différé			<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>		
Paiement échelonné de la redevance			Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non		
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES			Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence):		
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes					
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Gabriel LE MOENNER			VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI 		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

La présente invention concerne un procédé de régulation d'une unité de traitement, par adsorption à modulation de pression, d'au moins un gaz de charge, dans laquelle l'unité de traitement, couramment appelée PSA (« Pressure Swing Adsorption », c'est-à-dire adsorption à modulation de pression), comporte N unités d'adsorption, N étant supérieur ou égal à 1, fonctionnant suivant un cycle paramétré réparti uniformément en au plus N temps de phase. De façon classique, on appelle « temps de phase » le quotient de la durée du cycle par le nombre d'adsorbeurs en service.

Les unités PSA sont utilisées pour la production d'hydrogène, de monoxyde de carbone, de dioxyde de carbone, pour le séchage de gaz, pour la séparation des constituants de l'air avec production d'azote et/ou d'oxygène, pour le déballastage en dioxyde de carbone, etc...

5 Les pressions indiquées par la suite sont toutes en bars absolus.

De manière générale, les adsorbeurs d'une unité PSA suivent en décalage dans le temps un cycle de fonctionnement, par la suite appelé par commodité « cycle PSA », qui est réparti uniformément en autant de temps de phase qu'il y a d'adsorbeurs en fonctionnement, et qui est formé d'étapes
10 de base, à savoir les étapes :

- d'adsorption à sensiblement une haute pression du cycle ;
- de dépressurisation à co-courant, généralement depuis la haute pression du cycle ;
- de dépressurisation à contre-courant, généralement jusqu'à
15 la basse pression du cycle ;
- d'élution à sensiblement une basse pression du cycle ; et
- de repressurisation, depuis la basse pression du cycle jusqu'à la haute pression du cycle.

Suivant les applications, les étapes de dépressurisation et
20 repressurisation peuvent comporter plusieurs sous-étapes telles que des équilibrages de pression entre adsorbeurs ou entre adsorbeur et capacité, etc. La présence de telle ou telle de ces étapes dans le cycle PSA ne modifie en rien la portée de la présente invention.

Par la suite, on s'intéresse au fonctionnement d'une unité PSA en
25 régime établi, c'est-à-dire en dehors de périodes transitoires de démarrage

ou d'arrêt de l'unité qui correspondent généralement à des cycles spéciaux élaborés à cet effet.

La contrainte principale de fonctionnement d'une unité PSA en régime établi consiste en le niveau de pureté du gaz produit. Sous cette
5 contrainte, le fonctionnement du PSA est alors généralement optimisé soit pour maximiser le rendement d'extraction (quantité de gaz produit/quantité de ce gaz présent dans le gaz de charge), soit pour minimiser l'énergie consommée, soit encore pour maximiser le volume de gaz produit.

On utilise à cet effet une unité de commande de l'unité PSA adaptée
10 pour modifier les paramètres du cycle de fonctionnement de cette unité. On a proposé classiquement que cette unité de commande reçoive en permanence des signaux représentatifs du débit du flux de gaz de charge et/ou du débit du flux de gaz produit.

Sur la figure 1 des dessins annexés, qui illustre l'art antérieur, sont
15 représentées une unité PSA 1 de production d'hydrogène et une unité de commande 2. La ligne 3 d'alimentation en gaz à traiter est pourvue d'un débitmètre 4 dont les mesures sont transmises en continu à l'unité de commande 2.

En fonction de la variation du débit d'alimentation, l'unité de
20 commande modifie la durée du temps de phase du cycle de sorte que plus le débit augmente, plus le temps de phase diminue, et inversement. Cette régulation est couramment appelée « régulation de capacité ».

On connaît par ailleurs un deuxième type de régulation qui consiste à tenir compte de la pureté du gaz traité pour corriger certains paramètres du
25 cycle de fonctionnement de l'unité PSA. L'unité PSA 1 de la figure 1 comporte à cet effet un appareil 6 de mesure de la teneur en hydrogène du gaz produit par l'unité PSA. Les mesures de cet appareil sont transmises de façon périodique ou continue à l'unité de commande pour réguler le fonctionnement de l'unité PSA. Pour par exemple une spécification en
30 hydrogène produit de 99,9 %, c'est-à-dire pour une teneur minimale acceptable de 99,9 %, la mesure d'une teneur en hydrogène égale à 99,99 % conduit à faire augmenter le temps de phase par l'unité de commande, tandis qu'une telle mesure égale à 99,91 % conduit à faire diminuer ce

temps de phase pour avoir une marge de sécurité. Ce type de régulation est couramment appelé « régulation sur le contrôle de pureté ». Dans certains cas, seule la régulation sur le contrôle de pureté est mise en œuvre, mais la régulation de l'unité PSA est alors délicate.

5 A côté de ces régulations principales peuvent exister un certain nombre de régulations internes à l'unité PSA qui font que le cycle de pression se déroule dans des conditions les plus régulières possibles. A titre d'exemple, le débit de repressurisation peut être maintenu constant sur la durée de l'étape, par action sur une vanne de régulation.

10 Cependant, dans un certain nombre de cas, les régulations principales et internes se révèlent parfois insuffisantes pour empêcher une pollution de la production.

 En particulier, pour les unités de traitement qui comportent plusieurs adsorbants dans des états différents à un même moment, il est presque impossible de changer instantanément et dans une proportion importante les paramètres du cycle PSA à la suite par exemple d'une augmentation brutale du débit de gaz de charge. Il faut bien entre autres achever la repressurisation d'un adsorbant avant de le passer en phase d'adsorption.

 Il en est de même lorsqu'une impureté voit sa teneur augmenter brusquement dans le gaz de charge, en particulier s'il s'agit d'une impureté difficile à arrêter telle que l'azote ou l'argon, et en particulier si cette impureté est en relativement faible quantité. A titre d'exemple, une teneur en azote passant de 50 à 500 ppm ne modifiera pas la durée de la phase d'adsorption, car son effet sur la mesure de débit sera négligeable, mais polluera progressivement l'adsorbant. La régulation sur le contrôle de pureté réagira mais avec retard et, suivant les paramètres choisis pour cette régulation, on observera soit une pollution momentanée de la production, soit un dérèglement brutal du cycle conduisant à une perte importante en rendement sur un intervalle de temps plus ou moins long.

30 Un moyen utilisé pour pallier cet inconvénient est d'installer des moyens de mesure sur le gaz de charge afin de connaître en permanence ses caractéristiques de composition, pression, température, densité et débit et, à partir de là, d'ajuster le cycle, voire de changer de cycle si les

modifications sont suffisamment importantes pour le justifier, en fonction des données mesurées.

Sur la figure 1 des dessins annexés est représenté un analyseur 8 permettant de connaître en permanence ou avec une fréquence suffisante, la composition du gaz de charge. Cette information transmise à l'unité de commande 2 permet, via la masse moléculaire du gaz de charge calculée d'après cette analyse, de connaître le débit exact de gaz de charge.

La connaissance de la composition et du débit permet alors au système de recalculer les paramètres optimaux du cycle.

Si le gaz de charge est constitué d'un mélange de plusieurs gaz, on peut installer des débitmètres et, si nécessaire, des analyseurs locaux et/ou des densimètres afin de reconstituer par addition, la composition et le débit du gaz de charge total.

L'inconvénient d'un tel système est qu'il est coûteux en matériel (analyseurs), en frais et exploitation (gaz étalon) et en maintenance (étalonnage, ...). De plus, une analyse erronée, due par exemple à une dérive excessive de l'appareillage, va conduire à un cycle non adapté au gaz de charge réel provoquant soit une perte de production, soit une pollution.

Le but de la présente invention est de proposer un procédé de régulation simplifié, d'un coût négligeable par rapport aux systèmes d'analyse cités ci-dessus, et qui permette dans un grand nombre de cas de limiter les risques de pollution et/ou de perte de production lors d'une variation brusque et/ou importante de la composition du gaz de charge alimentant cette unité.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de régulation d'une unité de traitement d'au moins un gaz de charge, du type dans lequel l'unité de traitement comporte N unités d'adsorption, N étant supérieur ou égal à 1, fonctionnant suivant un cycle paramétré réparti uniformément en au plus N temps de phase, et dans lequel on utilise une unité de commande de l'unité de traitement, adaptée pour modifier au moins un paramètre du cycle, notamment à partir de la mesure de valeurs représentatives du débit et/ou de la composition du gaz de charge en entrée de l'unité de traitement et/ou

du gaz produit en sortie de ladite unité de traitement, et dans lequel, à chaque évolution prévisionnelle de la composition du gaz de charge à traiter, on envoie à l'unité de commande un signal préétabli représentatif de ladite évolution, et l'unité de traitement traite ledit signal pour déterminer les
5 paramètres d'un cycle exceptionnel de fonctionnement de l'unité de traitement adapté à ladite évolution prévisionnelle.

Suivant d'autres caractéristiques de ce procédé, prises isolément ou selon toutes les combinaisons techniquement possibles :

- le signal préétabli est représentatif de l'intensité de l'évolution
10 prévisionnelle de la composition du gaz de charge ;

- on envoie en continu à l'unité de commande un signal de référence, et à chaque évolution prévisionnelle, on modifie ledit signal de référence pour former le signal préétabli ;

- on détermine le signal préétabli selon le fonctionnement d'au moins
15 une unité disposée en amont de l'unité de traitement et formant, au moins en partie, le gaz de charge à traiter ;

- la durée du cycle exceptionnel est prédéterminée ;

- la durée du cycle exceptionnel est indiquée à l'unité de commande par transmission d'un signal de fin, ledit signal de fin étant préétabli en
20 fonction de l'évolution prévisionnelle de la composition du gaz de charge ;

- durant chaque cycle paramétré de fonctionnement de l'unité de traitement se succèdent une phase d'adsorption sensiblement à une haute pression du cycle et une phase de régénération comprenant une étape de dépressurisation jusqu'à une basse pression du cycle et une étape de
25 repressurisation sensiblement jusqu'à ladite haute pression du cycle, et les paramètres du cycle exceptionnel déterminés par l'unité de commande sont choisis parmi la durée du temps de phase et la durée d'au moins une des étapes de la phase de régénération ;

- un signal représentatif du débit et/ou de la densité du flux de gaz de
30 charge est envoyé régulièrement à l'unité de commande, et l'unité de commande détermine les paramètres du cycle exceptionnel de fonctionnement de l'unité de traitement, puis ajuste ces paramètres à partir

du signal représentatif du débit et/ou de la densité dudit flux de gaz de charge ;

- un signal représentatif du débit et/ou de la composition du flux gazeux produit par l'unité de traitement est envoyé régulièrement à l'unité de commande, et l'unité de commande détermine les paramètres du cycle
5 exceptionnel de fonctionnement de l'unité de traitement, puis ajuste ces paramètres à partir du signal représentatif du débit et/ou de la composition dudit flux gazeux produit ; et

- l'unité de traitement est une unité de production d'hydrogène
10 sensiblement pur.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple et faite en se référant aux dessins sur lesquels :

- la figure 1, mentionnée plus haut, est une vue schématique d'une
15 unité de traitement PSA associée à une unité de commande et régulée selon des techniques de l'art antérieur ;

- la figure 2 est une vue schématique d'une installation de production combinée d'hydrogène et de monoxyde de carbone, comportant une unité PSA régulée selon l'invention ;

- la figure 3 est un diagramme de fonctionnement de l'unité PSA de la
20 figure 2 ; et

- la figure 4 est une vue analogue à celle de la figure 1, illustrant un exemple de mise en œuvre du procédé selon l'invention.

Sur la figure 2 est représentée une installation 10 de production
25 combinée d'hydrogène et de monoxyde de carbone à partir d'un reformage à la vapeur d'un gaz de charge constitué de gaz naturel GN. L'installation comporte une ligne 12 de traitement du gaz naturel, en aval de laquelle sont raccordées à la fois une unité cryogénique 14 de production de monoxyde de carbone (CO) et une unité 16 de production d'hydrogène (H₂), détaillées
30 plus loin.

La ligne de traitement 12 comporte, d'amont en aval :

- un réacteur 18 dans lequel le gaz naturel est désulfuré, les hydrocarbures lourds sont décomposés en méthane et en dioxyde de

carbone, et le méthane est converti en gaz de synthèse riche en hydrogène et contenant du monoxyde de carbone et du dioxyde de carbone ;

- une unité 20 de lavage aux amines dont le flux résiduel riche en dioxyde de carbone est soutiré ; et

5 - une unité 22 d'épuration permettant d'arrêter la quasi-totalité de l'eau et du dioxyde de carbone.

Une première sortie 24 de l'unité d'épuration 22 est raccordée à l'unité cryogénique 14, qui comporte une ligne 26 de retour à la ligne d'épuration. Une deuxième sortie 28 de l'unité d'épuration 22 est raccordée
10 à l'unité PSA 16 de façon à véhiculer le gaz de charge de cette unité.

L'unité d'épuration 22 comporte deux bouteilles d'adsorbants 22A, 22B mises en ligne de façon alternée pour assurer l'épuration par adsorption du mélange gazeux en sortie de l'unité de lavage aux amines 20.

L'unité 22 comporte également des vannes, des conduites de
15 raccordement et des moyens de commande non représentés sur la figure 2, adaptés pour à la fois soumettre l'une des deux bouteilles 22A, 22B en adsorption au flux en sortie de l'unité 20, et pour balayer l'autre des deux bouteilles, c'est-à-dire celle en régénération, par le flux sortant de la ligne 26.

20 L'unité 16 comporte quant à elle six adsorbeurs R1 à R6, comportant chacun des matériaux adsorbants adaptés pour fixer par adsorption des impuretés, telles que l'eau, le dioxyde de carbone, le méthane, le monoxyde de carbone, contenues dans le gaz de charge de la ligne 28. Différents types de matériaux adsorbants sont envisageables, tels que des charbons
25 activés, des gels de silice et/ou des tamis moléculaires.

L'unité 16 est de type PSA. Elle comporte à cet effet des conduites et des vannes non représentées, ainsi qu'une unité de commande 30 détaillée plus loin, adaptées pour faire suivre à chaque adsorbeur R1 à R6 un cycle de période T, constitué de six temps de phase nominaux de même durée, et
30 dont un exemple est représenté sur la figure 3. En considérant que le cycle représenté s'applique depuis l'instant $t = 0$ à $t = T$ à l'adsorbeur R6, le fonctionnement de l'adsorbeur R5 s'en déduit par décalage dans le temps de $T/6$, celui de l'adsorbeur R4 par décalage dans le temps de $2T/6$; ainsi de

suite jusqu'à celui de l'adsorbeur R1 obtenu par décalage dans le temps de $5T/6$.

Par dualité temps de phase / adsorbeur, cela revient à considérer que, sur la figure 3, l'adsorbeur R6 suit le premier temps de phase représenté entre les instants $t = 0$ et $t = T/6$, l'adsorbeur R5 suit le deuxième temps de phase représenté entre les instants $t = T/6$ et $t = 2T/6$, et ainsi de suite jusqu'à l'adsorbeur R1 qui suit le sixième temps de phase représenté entre les instants $t = 5T/6$ et $t = T$.

Sur la figure 3, où les temps t sont portés en abscisses et les pressions absolues P en ordonnées, les traits orientés par les flèches indiquent les mouvements et destinations des courants gazeux, et, en outre, le sens de circulation dans les adsorbeurs R1 à R6 : lorsqu'une flèche est dans le sens des ordonnées croissantes (vers le haut du diagramme), le courant est dit à co-courant dans l'adsorbeur ; si la flèche dirigée vers le haut est située au-dessous du trait indiquant la pression dans l'adsorbeur, le courant pénètre dans l'adsorbeur par l'extrémité d'entrée de cet adsorbeur ; si la flèche, dirigée vers le haut, est située au-dessus du trait indiquant la pression, le courant sort de l'adsorbeur par l'extrémité de sortie de l'adsorbeur, les extrémités d'entrée et de sortie étant respectivement celles du gaz à traiter et du gaz soutiré en production. Lorsqu'une flèche est dans le sens des ordonnées décroissantes (vers le bas du diagramme) le courant est dit à contre-courant dans l'adsorbeur ; si la flèche dirigée vers le bas est située au-dessous du trait indiquant la pression de l'adsorbeur, le courant sort de l'adsorbeur par l'extrémité d'entrée de cet adsorbeur ; si la flèche dirigée vers le bas est située au-dessus du trait indiquant la pression, le courant pénètre dans l'adsorbeur par l'extrémité de sortie de cet adsorbeur, les extrémités d'entrée et de sortie étant toujours celles du gaz à traiter et du gaz soutiré en production. L'extrémité d'entrée des adsorbeurs est leur extrémité inférieure.

Ainsi, par exemple pour l'adsorbeur R6, le cycle comporte une phase d'adsorption de $t = 0$ à $t = 2T/6$ et une phase de régénération de $t = 2T/6$ à $t = T$.

Plus précisément, durant la phase d'adsorption, le gaz de charge impur véhiculé par la ligne 28 arrive à l'entrée de l'adsorbeur à une haute pression d'adsorption, noté PH sur le cycle de la figure 3, de 20 bars environ. Un flux d'hydrogène sensiblement pur est alors soutiré en tête, sous la même pression, et alimente en partie une ligne 32 de production d'hydrogène, le reste étant envoyé à un autre adsorbeur en cours d'étape de repressurisation décrite plus loin.

La phase de régénération comporte, de $t = 2T/6$ à $t = 4T/6$:

- de $t = 2T/6$ à $t = t_1$, t_1 étant inférieur à $3T/6$, une première étape de dépressurisation à co-courant durant laquelle, la sortie de l'adsorbeur R6 est reliée à celle d'un autre adsorbeur en début d'étape de repressurisation décrite plus loin, jusqu'à équilibre des pressions des deux adsorbeurs à une pression d'équilibre, notée PE ;

- de t_1 à $t = t_2$, t_2 étant inférieur à $4T/6$, une seconde étape de dépressurisation à co-courant durant laquelle, le flux sortant à co-courant de l'adsorbeur R6 est décomprimé et envoyé à la sortie d'adsorbeurs en étape d'élution décrite plus loin ; et

- de t_2 à $t = 4T/6$, une étape de dépressurisation à contre-courant durant laquelle le flux sortant de l'adsorbeur R6 est envoyé à une ligne de résiduaire 34, raccordée en sortie au réacteur 18 ; cette étape se poursuit jusqu'à la basse pression du cycle, notée PB et valant environ 1,6 bar.

La phase de régénération comporte ensuite, de $t = 4T/6$ à $t = 5T/6$, une étape d'élution durant laquelle le matériau adsorbant est balayé à contre-courant par un gaz d'élution afin de désorber la quasi-totalité des impuretés précédemment adsorbées.

Le flux en sortie de l'adsorbeur forme un gaz résiduaire sous la basse pression PB, envoyé dans la ligne 34.

La phase de régénération comporte enfin :

- de $t = 5T/6$ à $t = t_3$, une première étape de repressurisation à contre-courant, durant laquelle l'adsorbeur reçoit à la fois une partie des flux issus des adsorbeurs en phase d'adsorption et le flux issu de l'adsorbeur en première étape de dépressurisation à co-courant ; et

- de $t = t_3$ à $t = T$, une seconde étape de repressurisation à contre-courant durant laquelle l'adsorbeur reçoit uniquement une partie des flux issus des adsorbeurs en phase d'adsorption jusqu'à la pression haute PH.

Sur la figure 4 est représentée plus en détail l'unité de commande 30. Elle comporte un séquenceur de commande 36 adapté pour piloter l'unité PSA 16, c'est-à-dire pour envoyer les différents signaux de commande des vannes de l'unité PSA afin de faire suivre aux six adsorbeurs R1 à R6 le cycle de fonctionnement décrit ci-dessus. L'unité de commande 30 comporte en outre un micro-processeur 38 capable de modifier les instructions de commande du séquenceur 36, c'est-à-dire capable de réguler, en réponse à des signaux détaillés ci-après, les paramètres du cycle imposés aux adsorbeurs par le séquenceur.

A cet effet, la ligne d'alimentation 28 est munie d'un débitmètre 40, relié, via par exemple un conducteur de signaux 42, au régulateur 38. De plus, la ligne de production 32 est pourvue d'un appareil 44 adapté pour analyser en continu la teneur en monoxyde de carbone du flux d'hydrogène sensiblement pur soutiré de l'unité 16. L'appareil d'analyse 44 est relié au régulateur 38, via par exemple un conducteur de signaux 46. Enfin, l'unité de commande est reliée à une source extérieure de signaux 50, dont la fonction sera détaillée lors de la description du fonctionnement de l'installation 10.

Le fonctionnement global de l'installation 10 est le suivant.

En régime établi, c'est-à-dire en dehors de périodes de transition, de démarrage ou d'arrêt de l'installation, le réacteur 18 est alimenté en gaz naturel et en eau, et produit un mélange riche en hydrogène, en monoxyde de carbone et en dioxyde de carbone, et contenant en plus du méthane, de l'azote, de l'eau, ainsi que des traces d'hydrocarbures lourds.

Par lavage aux amines dans l'unité 20 et par épuration dans l'unité 22, le flux véhiculé par la ligne 24 présente à la fois de fortes teneurs en hydrogène et en monoxyde de carbone, par exemple égales à respectivement 73,5 et 21,6 % molaire, de faibles teneurs en azote et en méthane, par exemple égal à 1,1 et 3,8 % molaire.

L'unité cryogénique 14 produit alors un flux de monoxyde de carbone sensiblement pur, en évacuant dans la ligne 26 un mélange gazeux riche en hydrogène utilisé pour la régénération de successivement l'une et l'autre des bouteilles 22A et 22B de l'unité d'épuration 22.

5 A titre d'exemple, le mélange véhiculé par la ligne 26 contient 97,4 % molaire d'hydrogène, 0,3 % d'azote, 0,3 % de monoxyde de carbone et 2 % de méthane. Le flux en sortie de la bouteille 22A, 22B en régénération est envoyé dans la ligne 28, qui véhicule en continu ce flux jusqu'à l'unité PSA 16. Le fonctionnement de cette unité PSA est imposé par le séquenceur 36 de l'unité de commande 30, en faisant par exemple suivre aux adsorbeurs R1 à R6 le cycle de la figure 3.

Ce cycle est susceptible d'être régulé en permanence par le régulateur 38, en fonction de signaux qu'il reçoit.

15 Ainsi, de manière connue comme évoquée dans le préambule, les mesures du débitmètre 40 sont transmises en continu au régulateur 38 de sorte que, si le débit de flux de charge en 28 augmente par rapport au débit nominal pour lequel le cycle de la figure 3 a été conçu, le régulateur calcule un nouveau temps de phase, plus court que le temps de phase nominal du cycle de la figure 3. C'est ce qui est couramment appelé une régulation de capacité. Pour par exemple un temps de phase nominal noté T_{ϕ}^N , le nouveau temps de phase T_{ϕ} est :

$$T_{\phi} = T_{\phi}^N \times \frac{\text{débit nominal}}{\text{débit mesuré par le débitmètre 40}}$$

25 Le régulateur 38 élabore alors un nouveau cycle, sensiblement plus court que celui de la figure 3, et détermine un moment compatible pour transmettre ce nouveau cycle au séquenceur, qui l'imposera alors à l'unité PSA. On comprend que la mise en œuvre par le séquenceur 36 ne peut pas toujours être instantanée, et ce pour tous les adsorbeurs. Il convient en effet d'attendre que chaque adsorbeur soit dans une configuration de passage, par exemple en fin de repressurisation ou de dépressurisation.

30 De la même façon, et également de manière connue en soi comme évoqué dans le préambule, l'appareil 44 transmet en continu au régulateur 38 la teneur en monoxyde de carbone du flux d'hydrogène produit. Si cette

teneur se rapproche d'une valeur maximale déterminée que connaît le régulateur 38, ce dernier détermine un nouveau cycle comme expliqué ci-dessus, et le transmet au séquenceur 36. C'est ce qui est couramment appelé une régulation sur le contrôle de pureté. En reprenant les notations

5 précédentes, le nouveau temps de phase T_ϕ est :

$$T_\phi = T_\phi^N \times \frac{\text{débit nominal}}{\text{débit mesuré par le débitmètre 40}} \times C_A,$$

où C_A est un facteur correctif calculé par le régulateur 38. Si la teneur en monoxyde de carbone est supérieure à celle requise, le temps de phase est rallongé (C_A strictement supérieur à 1), ce qui permet de diminuer les pertes

10 horaires en hydrogène, et donc d'augmenter le rendement d'extraction en hydrogène.

Les régulations de capacité et sur le contrôle de pureté permettent ainsi d'optimiser en permanence le fonctionnement de l'unité PSA 16 du point de vue du rendement d'extraction en hydrogène (quantité d'hydrogène produite par l'unité / quantité d'hydrogène introduite dans l'unité).

15

Une autre régulation est permise par la source de signaux 50. Cette dernière est adaptée pour fournir au régulateur 38, à un instant prédéterminé, des signaux préétablis indépendants du flux de charge véhiculé audit instant par la ligne 28 et du flux de production véhiculé audit instant par la ligne 32.

20

Sur la base de ces signaux et indépendamment de ceux transmis par le débitmètre 40 et l'appareil 44, le régulateur 38 détermine un nouveau cycle et le transmet au séquenceur 36. Le recours à cette « régulation a priori » est destiné à pallier les limites de régulations connues, détaillées ci-dessus.

25

En reprenant le fonctionnement de l'unité 10, et en s'intéressant aux évolutions du flux de gaz de charge véhiculé par la ligne 28, on note que, durant l'application du gaz de régénération véhiculé par la ligne 26, le matériau adsorbant de la bouteille 22A ou 22B qui débute sa régénération est saturé en eau, en dioxyde de carbone et en monoxyde de carbone. Les premiers instants de régénération s'accompagnent d'une forte désorption de monoxyde de carbone, la teneur en monoxyde de carbone du flux évacué

30

dans la ligne 28 pouvant atteindre plus de dix fois celle du flux de régénération de la ligne 26. Appliquée telle quelle à l'unité PSA 16, cette bouffée brusque et intense de monoxyde de carbone entraînerait des perturbations de fonctionnement importantes, qui conduiraient à une perte de rendement d'hydrogène et/ou à une pollution du flux de production de l'unité 16. La régulation de capacité est inopérante car la modification du gaz de charge concerne essentiellement sa composition et non son débit. La dégradation de la pureté du flux produit entraînerait une activation de la régulation du contrôle sur la pureté, mais trop tardive pour éviter la pollution des adsorbants de l'unité 16, la détection de la pollution dans la ligne 32 n'intervenant que plusieurs temps de phase après le début du changement brusque de composition du flux de charge.

Dans la mesure où l'arrivée de la bouffée de monoxyde de carbone est prévisible, et de teneur et durée connues par expérience, par calcul voire par une analyse lors du démarrage de l'unité PSA, la source 50 signale avant que cette bouffée ne survienne au régulateur 38 les évolutions correspondantes du gaz de charge. Le régulateur peut alors calculer de nouveaux paramètres de cycle, notamment la durée du temps de phase, la durée des différentes étapes du cycle décrites plus haut, etc.

Le nouveau cycle obtenu est ensuite envoyé, au moment prévu pour l'arrivée de la bouffée de monoxyde de carbone, au séquenceur 36.

A titre d'exemple, en réponse au signal de la source 50, le régulateur 38 détermine un temps de phase exceptionnel T_{ϕ}^{EXC} sur la base duquel l'unité 16 fonctionne au moins pendant la durée au bout de laquelle le matériau absorbant de l'adsorbant 22A, 22B en cours de régénération est sensiblement déchargé de la majeure partie du monoxyde de carbone. La durée de ce cycle exceptionnel est soit prédéterminée, et l'information correspondante est alors contenue dans l'unité de commande 30, soit indiquée au régulateur 38 par un nouveau signal provenant de la source 50.

Ainsi, la régulation apportée suivant le procédé selon l'invention est mise en œuvre au moment voulu et pendant la durée nécessaire.

Contrairement à la régulation décrite plus haut en regard de la figure 1, le signal transmis ne donne pas la composition du gaz de charge mais

indique seulement le début d'un brusque changement de composition, et éventuellement sa fin.

Elle permet de parfaitement appréhender de brusques modifications des paramètres d'état du gaz de charge de l'unité PSA, notamment lors de la remise en ligne en amont d'une bouteille d'adsorbant régénéré, lors d'un bipasse d'un équipement ou d'une unité amont pour maintenance ou entretien, lors de l'addition d'un gaz de charge secondaire au gaz de charge principal pour augmenter périodiquement la production, lors du changement du gaz de charge, ou lors de l'arrêt d'une unité amont d'épuration en un ou plusieurs constituants telle qu'une unité de lavage. En effet toutes ces modifications correspondent à des fonctionnements périodiques prévus à l'avance pour lesquels la composition exceptionnelle du gaz de charge du PSA qui en résulte est déterminée par expérience, par calcul ou par une analyse initiale.

Pendant que l'unité PSA 16 fonctionne suivant un cycle exceptionnel, la régulation de capacité (liée au débit du flux de charge) peut être laissée active. De même, la régulation du contrôle sur la pureté peut être laissée active à la condition que les corrections introduites par ces régulations (par exemple par le facteur correctif C_A) soient du second ordre par rapport à la correction a priori selon l'invention. Cela revient à dire que le régulateur 38 détermine d'abord les paramètres du cycle exceptionnel uniquement en fonction des signaux transmis par la source 50, puis ajuste ces paramètres à partir des informations transmises par le débitmètre 40 et/ou l'appareil d'analyse 44. Par exemple, le temps de phase du cycle exceptionnel peut être obtenu par la relation $T_\varphi = T_\varphi^{\text{EXC}} \times \frac{\text{débit nominal de la ligne 28}}{\text{débit mesuré par le débitmètre 40}} \times C_A$.

En variante, la source de signaux 50 envoie en continu un signal de référence à l'unité de commande 30, ce signal de référence étant perturbé à chaque évolution prévisionnelle de la composition du gaz de charge. Cette variante permet à l'unité 30 de s'assurer de sa connexion permanente à l'unité 50.

En variante également, dans le cas où la nature de la perturbation est connue mais où son intensité varie d'une fois à l'autre, il est possible de remplacer le simple signal de début par une information donnant le niveau de la modification à venir qui permet ainsi au système de commande 30 d'établir le cycle le plus adapté.

En reprenant l'exemple donné plus haut, il arrive que seule une fraction du gaz de régénération 26 soit utilisé pour régénérer l'adsorbeur 22A ou 22B. Le gaz de charge du PSA est donc constitué par un mélange de gaz contenant plus ou moins de monoxyde de carbone selon le pourcentage utilisé en régénération. Dans ce cas, le signal envoyé est représentatif par exemple de ce pourcentage.

Si la brusque variation provient de l'adjonction périodique d'une deuxième source de gaz de charge, le signal est par exemple représentatif du débit de gaz d'appoint, ou bien du degré d'ouverture de la vanne d'introduction.



REVENDEICATIONS

1. Procédé de régulation d'une unité de traitement, par adsorption à modulation de pression, d'au moins un gaz de charge, du type dans lequel
5 l'unité de traitement (16) comporte N unités d'adsorption (R1 à R6), N étant supérieur ou égal à 1, fonctionnant suivant un cycle paramétré réparti uniformément en au plus N temps de phase, et dans lequel on utilise une unité (30) de commande de l'unité de traitement (16), adaptée pour modifier au moins un paramètre du cycle, notamment à partir de la mesure de
10 valeurs représentatives du débit et/ou de la composition du gaz de charge en entrée de l'unité de traitement et/ou du gaz produit en sortie de ladite unité de traitement, caractérisé en ce que, à chaque évolution prévisionnelle de la composition du gaz de charge à traiter, on envoie à l'unité de commande (30) un signal préétabli représentatif de ladite évolution, et en ce
15 que l'unité de traitement (30) traite ledit signal pour déterminer les paramètres d'un cycle exceptionnel de fonctionnement de l'unité de traitement (16) adapté à ladite évolution prévisionnelle.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit signal préétabli est représentatif de l'intensité de l'évolution prévisionnelle de
20 la composition du gaz de charge.

3. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on envoie en continu à l'unité de commande (30) un signal de référence, et en ce qu'à chaque évolution prévisionnelle, on modifie ledit signal de référence pour former le signal préétabli.

25 4. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on détermine le signal préétabli selon le fonctionnement d'au moins une unité disposée en amont de l'unité de traitement (16) et formant, au moins en partie, le gaz de charge à traiter.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes,
30 caractérisé en ce que la durée du cycle exceptionnel est prédéterminée.

6. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la durée du cycle exceptionnel est indiquée à l'unité de commande (30) par transmission d'un signal de fin, ledit signal de fin

étant préétabli en fonction de l'évolution prévisionnelle de la composition du gaz de charge.

5 7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que durant chaque cycle paramétré de fonctionnement de l'unité de traitement (16) se succèdent une phase d'adsorption sensiblement à une haute pression du cycle (PH) et une phase de régénération comprenant une étape de dépressurisation jusqu'à une basse pression du cycle (PB) et une étape de repressurisation sensiblement jusqu'à ladite haute pression du cycle, et en ce que les paramètres du cycle exceptionnel
10 déterminés par l'unité de commande (30) sont choisis parmi la durée du temps de phase ($T\phi^{exc}$) et la durée d'au moins une des étapes de la phase de régénération.

8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'un signal représentatif du débit et/ou de la densité du
15 flux de gaz de charge est envoyé régulièrement à l'unité de commande (30), et en ce que l'unité de commande (30) détermine les paramètres du cycle exceptionnel de fonctionnement de l'unité de traitement (16), puis ajuste ces paramètres à partir du signal représentatif du débit et/ou de la densité dudit flux de gaz de charge.

20 9. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'un signal représentatif du débit et/ou de la composition du flux gazeux produit par l'unité de traitement (16) est envoyé régulièrement à l'unité de commande (30), et en ce que l'unité de commande (30) détermine les paramètres du cycle exceptionnel de
25 fonctionnement de l'unité de traitement (16), puis ajuste ces paramètres à partir du signal représentatif du débit et/ou de la composition dudit flux gazeux produit.

10. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'unité de traitement (16) est une unité
30 de production d'hydrogène sensiblement pur.

1/3

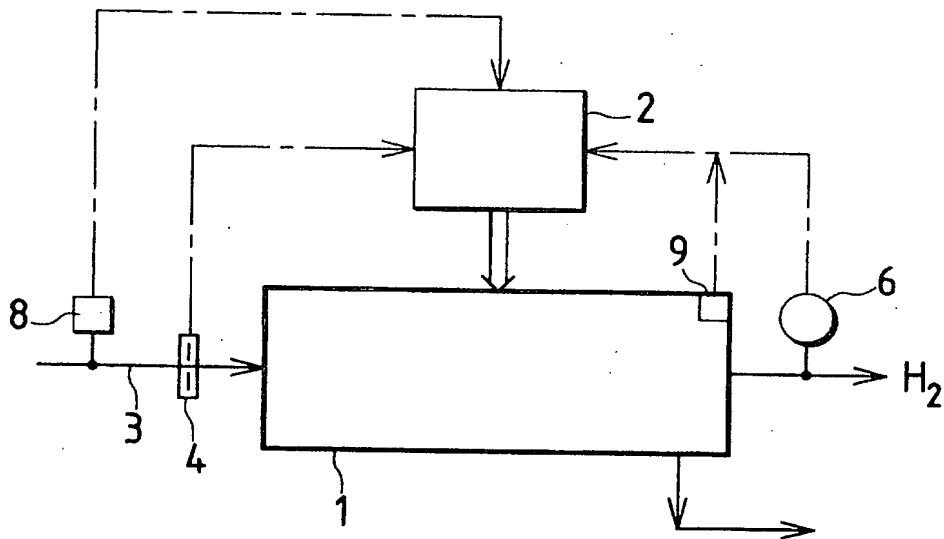


FIG.1 (Art antérieur)

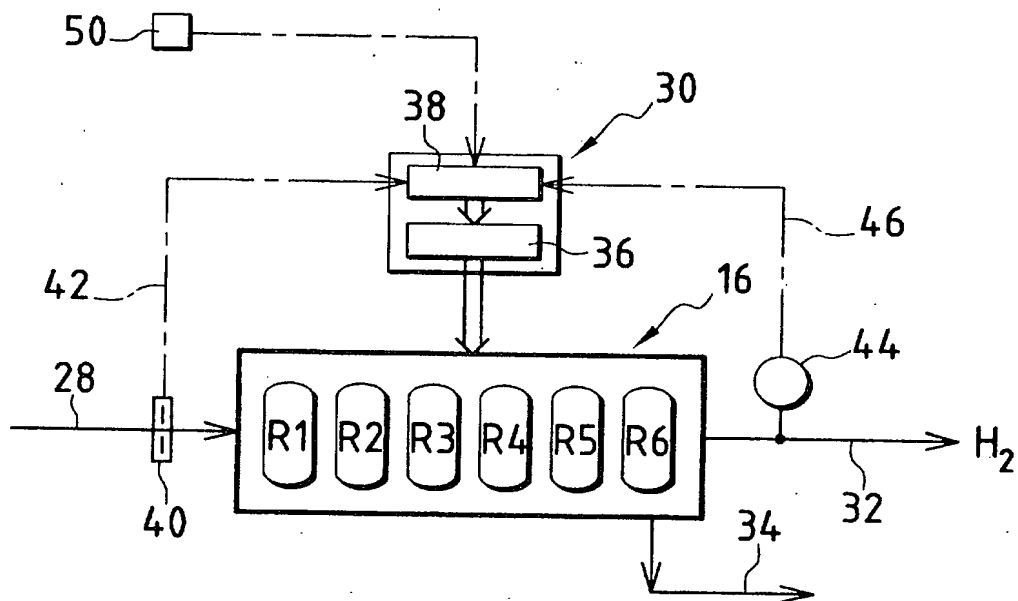
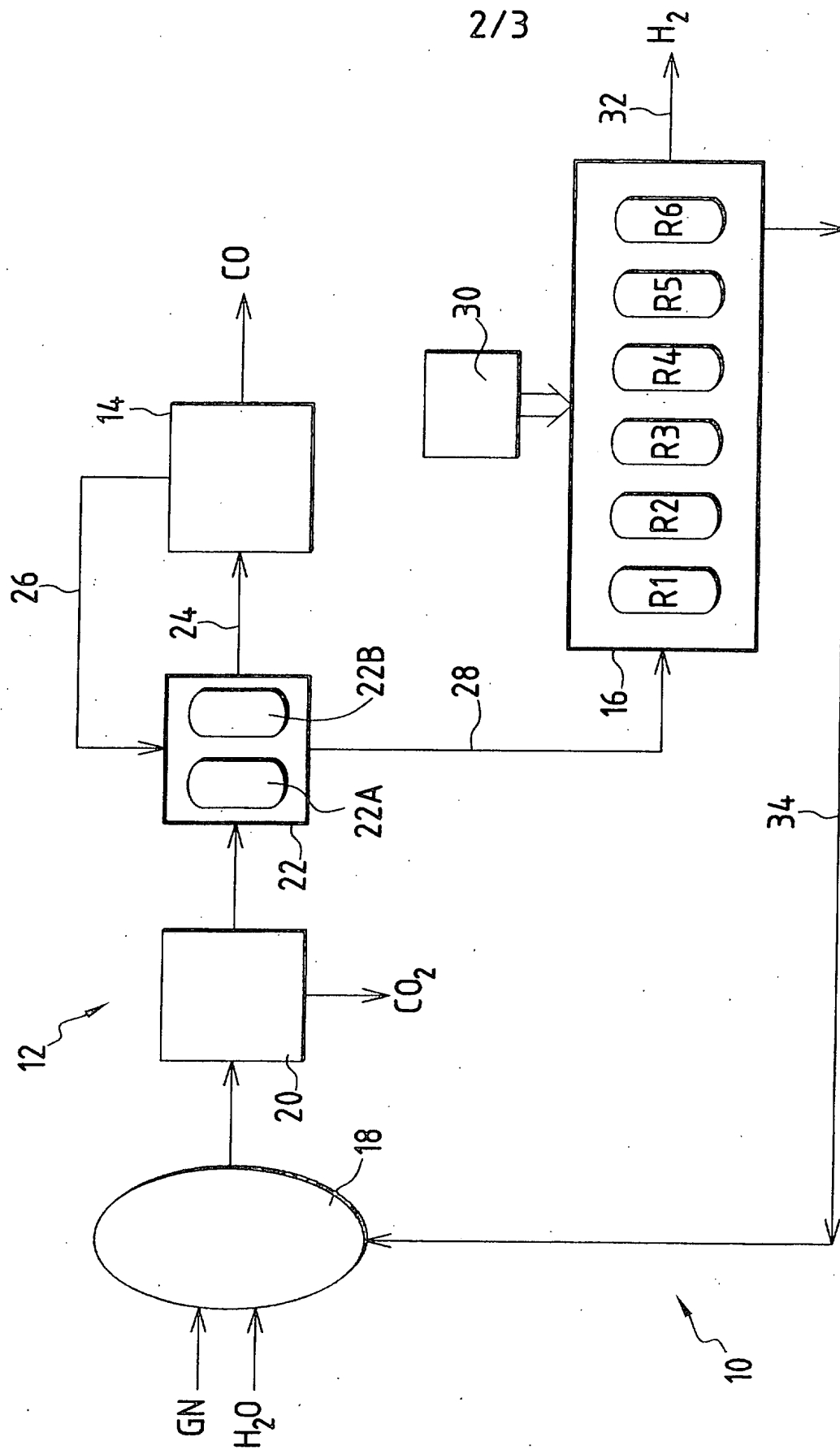


FIG.4

FIG. 2

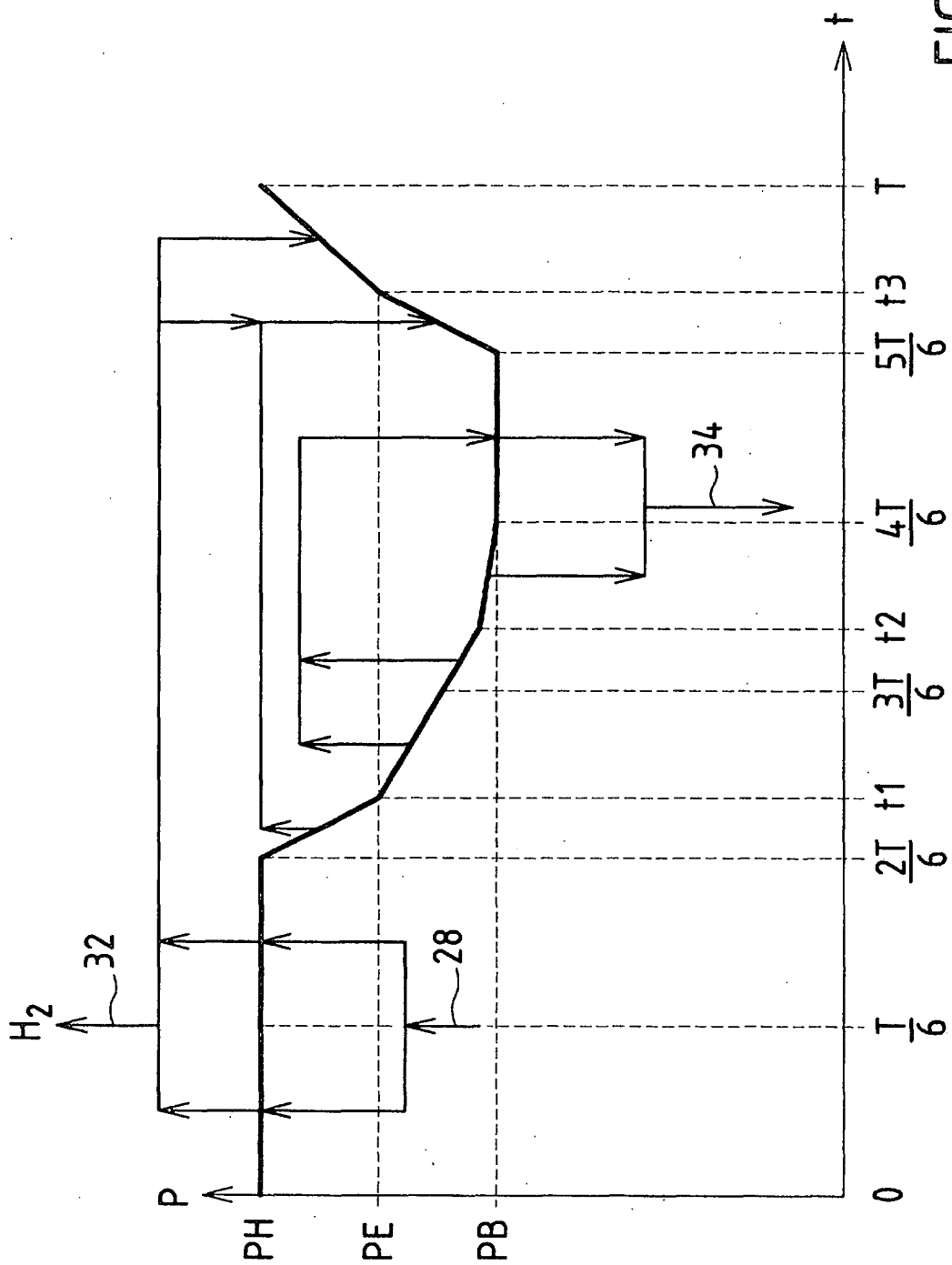


FIG.3

reçue le 11/07/02



COPIE

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11 235*02

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08


Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.. / 1..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 250899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		S.5843 GLM/MM	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		02077-17	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) PROCÉDE DE REGULATION D'UNE UNITE DE TRAITEMENT, PAR ADSORPTION A MODULATION DE PRESSION, D'AU MOINS UN GAZ DE CHARGE			
LE(S) DEMANDEUR(S) : L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME A DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE 75 quai d'Orsay 75321PARIS CEDEX 07 France			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		MONEREAU	
Prénoms		Christian	
Adresse	Rue	159 rue de Charonne	
	Code postal et ville	75011	PARIS
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) 20 juin 2002			
Gabriel LE MOENNER			

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

